

Family Member(s)








Search List First Prev Next Last

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-155332

(P2001-155332A)

(43) 公開日 平成13年6月8日 (2001.6.8)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	P I	7-73-7 (参考)
G 1 1 B 5/84		G 1 1 B 5/84	A
B 2 4 B 37/00		B 2 4 B 37/00	H
C 0 9 K 3/14	5 5 0	C 0 9 K 3/14	5 5 0 D 5 5 0 Z

審査請求 未請求 請求項の数16 C L (全 12 頁)

(21) 出願番号 特願2000-294874(P2000-294874)

(22) 出願日 平成12年9月27日 (2000.9.27)

(31) 優先権主張番号 0 9 / 4 0 4 9 9 3

(32) 優先日 平成11年9月27日 (1999.9.27)

(33) 優先権主張国 米国 (U S)

(71) 出願人 500452840

フジミアメリカ インコーポレーテッド
アメリカ合衆国、97070 オレゴン州、ウ
ィルソンビル、サウスウエスト コマース
サークル 9948

(72) 発明者 デイビッド エム. シモ

アメリカ合衆国、97042 オレゴン州、ト
ッアラタン、サウスウエスト レベントン
ドライブ 11208、フジミアメリカ イ
ンコーポレーテッド内

(74) 代理人 100061273

弁理士 佐々木 宗治 (外 3 名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 研磨用組成物およびそれを用いたメモリーハードディスクの製造方法

(57) 【要約】

【課題】 サブストレートの仕上げ研磨において、研磨時における振動の発生とその振動によるチャンファ部の損傷を防止することのできる研磨用組成物およびそれを用いたメモリーハードディスクの製造方法と提供する。

【解決手段】 サブストレートを研磨するための研磨用組成物であって、含有量が組成物全重量の0.1～50重量%の研磨材と、含有量が組成物全重量の0.0001～3.0重量%の研磨抵抗抑制剤と、含有量が組成物全重量の0.001～40重量%の研磨促進剤と、水とを含んでなるものである。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 メモリーハードディスクに使用される磁気ディスク用基盤を研磨するための研磨用組成物であって、(a)含有量が組成物の全重量に対して0.1～5.0重量%の範囲内の二酸化ケイ素、酸化アルミニウム、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、酸化チタン、窒化ケイ素および二酸化マンガンをからなる群より選択される少なくとも1種類の研磨材と、(b)含有量が組成物の全重量に対して0.0001～3.0重量%の範囲内の界面活性剤、水溶性高分子および水溶性電解質からなる群より選択される少なくとも1種類の研磨抵抗抑制剤と、(c)含有量が組成物の全重量に対して0.001～4.0重量%の範囲内の無機酸、有機酸およびそれらのアルミニウム、鉄、ニッケルおよびコバルト塩からなる群より選択される少なくとも1種類の研磨促進剤と、(d)水とを含んでなることを特徴とする研磨用組成物。

【請求項2】 前記(c)の研磨促進剤が、硫酸アルミニウム、硫酸アルミニウム、硫酸アンモニウムアルミニウム、過塩素酸アルミニウム、塩化アルミニウム、クエン酸アルミニウム、クエン酸アンモニウムアルミニウム、シュウ酸アルミニウム、硝酸鉄、硫酸鉄、硫酸アンモニウム鉄、過塩素酸鉄、塩化鉄、クエン酸鉄、クエン酸アンモニウム鉄、シュウ酸アンモニウム鉄、硝酸ニッケル、硫酸ニッケル、過塩素酸ニッケル、塩化ニッケル、クエン酸ニッケル、シュウ酸ニッケル、硝酸コバルト、硫酸コバルトおよび塩化コバルトからなる群より選択される少なくとも1種類であることを特徴とする請求項1記載の研磨用組成物。

【請求項3】 前記(c)の研磨促進剤が、アスコルビン酸、クエン酸、グリコール酸、グリシン、グリセリン酸、グルコン酸、グルタミン酸、グルオキシル酸、コハク酸、酒石酸、乳酸、マロン酸、マンデル酸およびリンゴ酸からなる群より選択される少なくとも1種類であることを特徴とする請求項1記載の研磨用組成物。

【請求項4】 前記(c)の研磨促進剤が、鉄、ニッケルまたはコバルトイオンに配位結合したエチレンジアミン四酢酸、ジエチレントリアミン五酢酸、プロピレンジアミン四酢酸、ヒドロキシエチルエチレンジアミン三酢酸、グリコールエチルジアミン四酢酸、ニトリロ三酢酸、ヒドロキシエチルイミノ二酢酸、ジヒドロキシエチルグリシンおよびトリエチレントラアミン六酢酸からなる群より選択される少なくとも1種類であることを特徴とする請求項1記載の研磨用組成物。

【請求項5】 前記(c)の研磨促進剤が、硫酸、硝酸、塩酸、過塩素酸、リン酸、ホウ酸およびスルホン酸からなる群より選択される少なくとも1種類であることを特徴とする請求項1記載の研磨用組成物。

【請求項6】 前記(b)の研磨抵抗抑制剤が、陽イオン系、陰イオン系および非イオン系界面活性剤からなる群より選択される界面活性剤であることを特徴とする請求項1乃至5のいずれか記載の研磨用組成物。

請求項1乃至5のいずれか記載の研磨用組成物。

【請求項7】 前記界面活性剤が、脂肪性アミン、アミン塩、第四アンモニウム化合物、アミン酸化物およびアミドからなる群より選択される窒素誘導体であることを特徴とする請求項6記載の研磨用組成物。

【請求項8】 前記界面活性剤が、第四アンモニウム塩であることを特徴とする請求項6記載の研磨用組成物。

【請求項9】 前記第四アンモニウム塩が、ポリオキシエチレンアルキル第四アンモニウム塩であることを特徴とする請求項8記載の研磨用組成物。

【請求項10】 前記第四アンモニウム塩が、ポリオキシエチレンコアルキル第四アンモニウム塩化物であることを特徴とする請求項8記載の研磨用組成物。

【請求項11】 ポリオキシエチレンコアルキル第四アンモニウム塩化物が、前記(a)の研磨材の比表面積に対して最大0.05mg/m²の量で含まれることを特徴とする請求項10記載の研磨用組成物。

【請求項12】 前記(b)の研磨抵抗抑制剤が、水溶性電解質であり、それらがポリアクリル酸またはポリアクリル酸塩であることを特徴とする請求項1乃至5のいずれか記載の研磨用組成物。

【請求項13】 請求項1乃至12のいずれかに記載された研磨用組成物を用いて、メモリーハードディスクに使用される磁気ディスク用基盤を研磨することを特徴とするメモリーハードディスクの製造方法。

【請求項14】 請求項1乃至12のいずれかに記載された研磨用組成物を用いて、あらかじめ1回乃至複数回の予備研磨工程が施された磁気ディスク用基盤を仕上げ研磨することを特徴とする請求項13記載のメモリーハードディスクの製造方法。

【請求項15】 前記磁気ディスク用基盤の仕上げ研磨前の表面粗さが20Åであることを特徴とする請求項13または14記載のメモリーハードディスクの製造方法。

【請求項16】 前記磁気ディスク用基盤は、Ni-Pディスクまたはアルミニウムディスクであることを特徴とする請求項13乃至15のいずれか記載のメモリーハードディスクの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、メモリーハードディスク、すなわちコンピューター等に用いられる記憶装置に使用される磁気ディスク用基盤（以下、「サブストレート」という）の製造において、その表面を仕上げ研磨するのに好適な研磨用組成物に関するものである。

【0002】さらに詳しくは、Ni-Pディスク、Ni-P合金ディスク、アルミニウムディスク、ボロンカーバイドディスクおよびカーボンディスク等に代表される各種のサブストレートの製造工程の表面粗さの程度が良好で高鏡面に仕上げる研磨工程において、研磨速度が大き

く、大容量および高記録密度のメモリーハードディスクに使用される優れた仕上げ面が得られる研磨用組成物に関するものであり、また、この研磨用組成物を用いたメモリーハードディスクの製造方法に関するものである。

【0003】

【従来の技術】コンピュータ等の記憶媒体の一つであるメモリーハードディスクは、小型化しかつ容量を大きくする努力が続けられており、そのメモリーハードディスクは従来のコーティングタイプの媒体から、スパッタリング法、メッキ法またはその他の方法によって成膜された薄膜媒体へと変化している。

【0004】現在最も広く使用されているサブストレートは、ブランク材に無電解Ni-Pメッキを成膜したものである。なお、ブランク材とは、サブストレートの基材であるアルミニウムおよびその他の基盤を、平行度や平坦度を持たせる目的でダイヤモンドによる旋盤加工、SiC研磨材を固めて作られたPVA砥石を用いたラップ加工またはその他の方法により整形したものである。

【0005】しかしながら、上記のような各種の整形方法では、ブランク材の比較的大きなうねりを完全に除去することができず、このブランク材に成膜される無電解Ni-Pメッキもうねりに沿って成膜されてしまう。従って、サブストレートにもうねりが残ってしまい、場合によっては、サブストレートの表面にノジュールや大きなビットが形成されることがある。なお、ここでいうノジュールとは、少なくとも約50 μ mの直径を有する膨らみのことであり、不純物がNi-Pメッキの膜の中に取り込まれることにより、その部分のメッキ表面が盛り上がり成膜されることにより発生する。また、ビットとは、サブストレートの表面を研磨することによって発生したへこみのことであり、微細なビットとは、その直径が約10 μ m未満のへこみのことである。

【0006】一方、メモリーハードディスクの容量の増加に伴い、表面記録密度は年々数十パーセントの割合で増加している。従って、メモリーハードディスク上に記憶される所定量の情報が占めるスペースはますます狭くなっており、記録に必要な磁力は弱くなってきている。よって、最近では、磁気ヘッドとメモリーハードディスクとの隙間であるヘッド浮上高を最小化することが要求されており、現在では、そのヘッド浮上高は1.0 μ m (0.025 μ m) 以下のレベルまで減少されている。

【0007】また、情報の読み書きを行う磁気ヘッドがメモリーハードディスクに吸着することを防止することと、研磨によってサブストレートの表面に形成されたメモリーハードディスクの回転方向とは異なる一定方向の筋目がつくことにより、メモリーハードディスク上の磁界が不均一になることを防止する目的で、研磨後のサブストレートに同心円状の筋目をつける、いわゆるテクスチャー加工が行われることがある。最近では、ヘッド浮

上高をさらに低くする目的で、サブストレートに筋目をより薄くしたライトテクスチャー加工が行われたり、あるいは、テクスチャー加工を行わずに筋目をつけないノンテクスチャーのサブストレートも用いられるようになっている。このような磁気ヘッドの低浮上化をサポートする技術も開発され、ヘッドの低浮上化がますます進んできている。

【0008】磁気ヘッドは、非常に高速で回転しているメモリーハードディスクの表面の形状に沿って浮上しており、メモリーハードディスクの表面にうねりがあった場合は、そのうねりに追従して磁気ヘッドは上下動を行う。しかしながら、そのうねりがある所定の高さを越えると、磁気ヘッドはうねりに追従しきれなくなって、メモリーハードディスクの表面に衝突する、いわゆるヘッドクラッシュを起こしてしまう。ヘッドクラッシュが起きると、磁気ヘッドやメモリーハードディスクの表面の磁性媒体が損傷を受け、メモリーハードディスクの故障の原因となったり、情報を読み書きする際のエラーの原因となることがある。

【0009】一方、メモリーハードディスクの表面に、数 μ m程度の微小な突起があった場合も、ヘッドクラッシュが発生することがある。また、メモリーハードディスク上にビットが存在した場合は、情報が完全に書き込まれず、いわゆる「ビット落ち」と呼ばれる情報の欠落や情報の書き込み読み取り不良が発生し、エラーの発生の原因となることがある。

【0010】従って、メモリーハードディスクを形成する前工程の研磨加工において、サブストレートの表面粗さを最小にすることが重要であり、同時に比較的大きなうねり、微小な突起、微細なビットおよびその他の表面欠陥を完全に除去することが必要である。

【0011】上記の目的のために、従来は、酸化アルミニウムまたはその他の各種研磨材と、水と、各種の研磨促進剤を含む研磨用組成物（以下、その性質から「スラリー」ともいう）を用いて、1回の研磨工程で仕上げられていた。しかしながら、1回だけの研磨工程では、サブストレートの表面の比較的大きなうねりやノジュールおよび大きなビット等の表面欠陥を除去し、かつ所定の時間内に表面粗さを最小にするという要求事項の全てを満足させることは困難であった。よって、2段階以上の研磨工程が研究されてきた。

【0012】2段階の研磨工程を行う場合、1段階目の研磨工程は、サブストレートの表面の比較的大きなうねりやノジュールおよび大きなビット等の表面欠陥を除去すること、すなわち整形が主なる目的となる。従って、表面粗さを最小にするというよりは、むしろ2段階目の研磨工程で除去できないような深いスクラッチの発生が少なくうねりや表面欠陥に対して加工修正能力の大きい研磨用組成物が要求される。

【0013】2段階目の研磨工程、すなわち仕上げ研磨

工程は、サブストレーットの表面粗さを最小にすることを目的とする。よって、1段階目の研磨工程で要求されるような大きなうねりや表面欠陥に対して加工修正能力が大きいことよりも、表面粗さを最小にでき、かつ微小な突起、微細なビットおよびその他の表面欠陥の発生を防止できることが要求される。また、生産性の観点からは、研磨速度が大きいことも重要である。本発明者らが知る限り、従来の2段階の研磨工程においては、2段階目の研磨工程で良好な表面粗さを有するサブストレーットの表面を得ることは可能であったが、研磨速度が非常に低く、実際の製造では不適切であった。表面粗さの程度は、サブストレーットの製造工程、メモリーハードディスクとしての最終的な記録容量およびその他の条件によって決定されるが、求められる表面粗さの程度によっては、2段階を超える研磨工程が採用されることもある。

【0014】上述の目的のため、特に2段階の研磨工程での仕上げ研磨を行う場合は、酸化アルミニウムまたはその他の研磨材を十分に粉砕して整粒し、それに水を加えたものに、硝酸アルミニウム、各種有機酸およびその他の研磨促進剤を含有した研磨用組成物、あるいはコロイダルシリカおよび水を含有する研磨用組成物を使用したりしている。しかしながら、前者の研磨用組成物で研磨を行った場合、機械的成分と化学的成分とのバランスが悪いため、微小な突起や微細なビットが発生し易いという問題があった。また、後者の研磨用組成物で研磨を行った場合は、研磨速度が非常に小さいため研磨するのに長時間を有し、生産性が低いとともに、サブストレーットの端面のダレの指数であるロールオフ（「ダブオフ」ともいう）が悪化し、さらには研磨後の洗浄が困難であるという問題があった。

【0015】上述の問題を解決するために、研磨工程を促進する各種の添加剤がコロイダルシリカに加えられた研磨用組成物を、メモリーハードディスクのサブストレーットの仕上げ研磨に使用することが提案されている。例えば特開平9-204657号公報（従来技術1）には、コロイダルシリカ、硝酸アルミニウムおよび安定剤を含む研磨用組成物が開示されている。特開平10-204416号公報（従来技術2）には、コロイダルシリカと鉄化合物とを含む研磨用組成物が開示されている。特開平11-167714号公報（従来技術3）には、コロイダルシリカと過酸化水素とを含む研磨用組成物が開示されている。さらに、研磨用組成物の研磨材としての酸化アルミニウムの代わりに、特開平9-208934号公報（従来技術4）ではフュームシリカを、特開平10-121035号公報（従来技術5）では酸化チタンを、特開平10-121034号公報（従来技術6）では酸化ジルコニウムを用いたものが開示されている。そして、これらの研磨用組成物は、求められる表面粗さの程度が小さく、微小な突起、微細なビットおよびその他の表面欠陥がほとんど無い研磨面が得られるもの

である。

【0016】

【発明が解決しようとする課題】本発明者らは上記従来技術1乃至6の研磨用組成物を試験してみたところ、意図されたように表面粗さおよび表面欠陥が減少する研磨用組成物であることを確認した。しかしながら、従来の研磨用組成物を用いて両面研磨機によるサブストレーットの研磨を行ったところ、サブストレーットを保持するキャリアのチャタリングやキャリアノイズが大きくなり、場合によっては、サブストレーットの周面であるチャンファ部がサブストレーットとキャリアとの衝突によって損傷することがあるという問題があった。

【0017】また、サブストレーットの表面を研磨するために両面研磨機が使用された場合、サブストレーットはキャリアによって支持され、このキャリアは、研磨機の外周に配置された遊星歯車（内歯車）と研磨機の中央に配置された太陽歯車との間に支持されている。そして、研磨を行うと、サブストレーットにはギアおよびキャリアを介して力が作用し、研磨が行われる。このとき、研磨機のギアとキャリアの間に設けられたクリアランス（作用の伝達に必要とされない、いわゆる遊び）において、サブストレーットとキャリアとの間の摩擦が研磨機の内部で不均一になり、サブストレーットとキャリアはそれぞれ振動し、これにより、いわゆるチャタリングやキャリアノイズが全体として発生する。キャリア内のサブストレーットの振動によってチャタリングが生じると、場合によってはサブストレーットの外周がキャリアの内周と衝突し、上述のようにチャンファ部が損傷してしまうことがあった。

【0018】本発明は、上記のような課題を解決するためになされたもので、メモリーハードディスクに使用されるサブストレーットの仕上げ研磨において、従来より研磨用組成物に求められていた研磨速度が大きく、表面粗さの小さい研磨面が得られ、微小な突起、微細なビットおよびその他の表面欠陥の発生を防止できると同時に、研磨時における振動の発生とその振動によるチャンファ部の損傷を防止することのできる研磨用組成物およびそれを用いたメモリーハードディスクの製造方法と提供することを目的としたものである。

【0019】

【課題を解決するための手段】本発明に係る研磨用組成物は、メモリーハードディスクに使用されるサブストレーットを研磨するための研磨用組成物であって、（a）含有量が組成物の全重量に対して0.1～50重量%の範囲内の二酸化ケイ素、酸化アルミニウム、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、酸化チタン、窒化ケイ素および二酸化マンガンからなる群より選択される少なくとも1種類の研磨材と、（b）含有量が組成物の全重量に対して0.0001～3.0重量%の範囲内の界面活性剤、水溶性高分子および水溶性電解質からなる群より選択さ

れる少なくとも1種類の研磨抵抗抑制剤と、(c)含有量が組成物の全重量に対して0.001~40重量%の範囲内の無機酸、有機酸およびそれらのアルミニウム、鉄、ニッケルおよびコバルト塩からなる群より選択される少なくとも1種類の研磨促進剤と、(d)水とを含んでなるものである。

【0020】本発明に係る研磨用組成物は、(c)の研磨促進剤が、硫酸アルミニウム、硫酸アルミニウム、硫酸アンモニウムアルミニウム、過塩素酸アルミニウム、塩化アルミニウム、クエン酸アルミニウム、クエン酸アンモニウムアルミニウム、シュウ酸アルミニウム、硝酸鉄、硫酸鉄、硫酸アンモニウム鉄、過塩素酸鉄、塩化鉄、クエン酸鉄、クエン酸アンモニウム鉄、シュウ酸アンモニウム鉄、硝酸ニッケル、硫酸ニッケル、過塩素酸ニッケル、塩化ニッケル、クエン酸ニッケル、シュウ酸ニッケル、硝酸コバルト、硫酸コバルトおよび塩化コバルトからなる群より選択される少なくとも1種類であることを特徴とするものである。

【0021】本発明に係る研磨用組成物は、(c)の研磨促進剤が、アスコルビン酸、クエン酸、グリコール酸、グリシン、グリセリン酸、グルコン酸、グルタミン酸、グルオキシル酸、コハク酸、酒石酸、乳酸、マロン酸、マンデル酸およびリンゴ酸からなる群より選択される少なくとも1種類であることを特徴とするものである。

【0022】本発明に係る研磨用組成物は、(c)の研磨促進剤が、鉄、ニッケルまたはコバルトイオンに配位結合したエチレンジアミン四酢酸、ジエチレントリアミン五酢酸、プロピレンジアミン四酢酸、ヒドロキシエチルエチレンジアミン三酢酸、グリコールエーテルジアミン四酢酸、ニトリロ三酢酸、ヒドロキシエチルイミノ二酢酸、ジヒドロキシエチルグリシンおよびトリエチレントトラアミン六酢酸からなる群より選択される少なくとも1種類を有する1種類であることを特徴とするものである。

【0023】本発明に係る研磨用組成物は、(c)の研磨促進剤が、硫酸、硝酸、塩酸、過塩素酸、リン酸、ホウ酸およびスルホン酸からなる群より選択される少なくとも1種類であることを特徴とするものである。

【0024】本発明に係る研磨用組成物は、(b)の研磨抵抗抑制剤が、陽イオン系、陰イオン系および非イオン系界面活性剤からなる群より選択される界面活性剤であることを特徴とするものである。

【0025】本発明に係る研磨用組成物は、界面活性剤が、脂肪性アミン、アミン塩、第四アンモニウム化合物、アミン酸化物およびアミドからなる群より選択される窒素誘導体であることを特徴とするものである。

【0026】本発明に係る研磨用組成物は、界面活性剤が、第四アンモニウム塩であることを特徴とするものである。

【0027】本発明に係る研磨用組成物は、第四アンモニウム塩が、ポリオキシエチレンアルキル第四アンモニウム塩であることを特徴とするものである。

【0028】本発明に係る研磨用組成物は、第四アンモニウム塩が、ポリオキシエチレンココアルキル第四アンモニウム塩化物であることを特徴とするものである。

【0029】本発明に係る研磨用組成物は、ポリオキシエチレンココアルキル第四アンモニウム塩化物が、

(a)の研磨材の比表面積に対して最大0.05mg/m²の量で含まれることを特徴とするものである。

【0030】本発明に係る研磨用組成物は、(b)の研磨抵抗抑制剤が、水溶性高分子または水溶性電解質であり、それらがポリアクリル酸またはポリアクリル酸塩であることを特徴とするものである。

【0031】本発明に係るメモリーハードディスクの製造方法は、前記(a)~(d)の研磨材、研磨抵抗抑制剤、研磨促進剤および水を含んでなる研磨用組成物を用いて、メモリーハードディスクのサブストレートを研磨することを特徴とするものである。

【0032】本発明に係るメモリーハードディスクの製造方法は、前記研磨用組成物を用いて、あらかじめ1回乃至複数回の予備研磨工程が施されたサブストレートを仕上げ研磨することを特徴とするものである。

【0033】本発明に係るメモリーハードディスクの製造方法は、サブストレートの仕上げ研磨前の表面粗さが20Åであることを特徴とするものである。

【0034】本発明に係るメモリーハードディスクの製造方法は、サブストレートが、N~Pディスクまたはアルミニウムディスクであることを特徴とするものである。

【0035】以下、本発明をさらに詳細に説明する。なお、以下の説明は本発明の理解を容易にするためのものであり、本発明を限定するものではない。

【0036】〈研磨材〉本発明に係る研磨用組成物の成分の1つである研磨材の主研磨材としては、二酸化ケイ素、酸化アルミニウム、酸化セリウム、酸化チタン、窒化ケイ素、酸化ジルコニウムおよび二酸化マンガンからなる群より選択される。なお、これらの研磨材は、任意に必要なに応じて組み合わせて用いることができ、組み合わせる場合は、その組み合わせ方や使用する割合は特に制限されない。

【0037】二酸化ケイ素は、コロイダルシリカ、フェームシリカおよびその他の製造方法や性状の異なる多種類のものを含む。

【0038】酸化アルミニウムは、α-アルミナ、δ-アルミナ、θ-アルミナ、ε-アルミナおよびその他の形態的に異なる物質を含む。また製造方法からフェームドアルミナと呼ばれるものも含む。

【0039】酸化セリウムは、酸化数から3価および4価のもの、また、結晶系からみて、六方晶系、菱面晶系

および面心立方晶系のものを含む。

【0040】酸化ジルコニウムは、結晶系からみて、単斜晶系、正方晶系および非晶質のものを含み、製造方法からフュームドジルコニアとよばれるものも含む。

【0041】酸化チタンは、結晶系からみて、一酸化チタン、三酸化二チタン、二酸化チタンおよびその他のものを含み、製造方法からフュームドチタニアと呼ばれるものも含む。

【0042】窒化ケイ素は、 α -窒化ケイ素、 β -窒化ケイ素、アモルファス窒化ケイ素およびその他の形態的に異なる物質を含む。

【0043】二酸化マンガンは、形態的にみて、 α -二酸化マンガ、 β -二酸化マンガ、 γ -二酸化マンガ、 δ -二酸化マンガ、 ϵ -二酸化マンガ、 κ -二酸化マンガおよびその他のものを含む。

【0044】これらの研磨材のうち、コロイダルシリカ、コロイダルアルミナ、フュームドシリカ、フュームドアルミナ、フュームドチタニアおよびフュームドジルコニアが本発明に係る研磨材として用いられる上で好ましい。それは、これらの粒子径が小さいからであり、これらのうち、コロイダルシリカまたはフュームドシリカが最も好ましい。

【0045】また、上記研磨材は、砥粒として機械的な作用により被研磨面（サブストレート表面）を研磨するものである。これらのうち、二酸化ケイ素の粒径は、BET法により測定した表面積から求められる平均粒子径で0.005~0.5 μ m、好ましくは0.01~0.2 μ mである。また、酸化アルミニウム、酸化ジルコニウム、酸化チタンおよび窒化ケイ素の粒径は、レーザー回折方式粒度測定器で測定された平均粒子径で0.01~1 μ m、好ましくは0.05~0.3 μ mである。さらに、酸化セリウムおよび二酸化マンガンの粒径は、走査電子顕微鏡によって観察された平均粒子径で0.01~1 μ m、好ましくは0.05~0.3 μ mである。

【0046】研磨材の平均粒子径が上述の範囲を超えて大きいと、研磨されたサブストレートの表面粗さが悪くなる傾向があり、またスクラッチが発生する可能性が高い。逆に、研磨材の平均粒子径が上述の範囲よりも小さいと、研磨速度が非常に低くなる傾向があり実用的ではない。

【0047】研磨用組成物中の研磨材の含有量は、用いる研磨材の種類によって異なるが、研磨材が二酸化ケイ素または酸化アルミニウムの場合、組成物の全重量に対して0.5~30重量%、好ましくは1.0~10重量%である。研磨材が酸化チタン、窒化ケイ素または二酸化マンガンの場合は、組成物の全重量に対して0.1~30重量%、好ましくは0.5~15重量%である。研磨材が酸化セリウムまたは酸化ジルコニウムの場合、組成物の全重量に対して0.5~50重量%、好ましくは1~25重量%である。研磨材の含有量が少なすぎる

と、研磨速度が低くなる傾向があり、逆に研磨材の含有量が多すぎると、均一な分散性が維持できなくなるとともに組成物の粘度が高くなり、扱いが困難となる。

【0048】＜研磨抵抗抑制剤＞本発明に係る研磨用組成物は、その成分の1つに研磨抵抗抑制剤を含むことが特徴である。この研磨抵抗抑制剤は、特に両面研磨機によって研磨される際にサブストレートとそれを保持するキャリアとの間で発生するチャタリングやキャリアノイズを減少させるために添加される。この研磨抵抗を減少させるための研磨抵抗抑制剤として、以下のものが挙げられる。

(イ) アルキル硫酸塩、アルキルスルホン酸塩、アルキルアリールスルホン酸塩などの陰イオン系界面活性剤。

(ロ) 高級アミンハロゲン酸塩または第四アンモニウム塩などの陽イオン系界面活性剤。

(ハ) ポリエチレングリコールアルキルエーテルまたはポリエチレングリコール脂肪酸エステルなどの非イオン系界面活性剤。

(ニ) ポリビニルアルコールまたはポリエチレンオキシドなどの水溶性高分子。

(ホ) ポリアクリル酸塩またはポリメタクリル酸塩などの水溶性電解質。

【0049】界面活性剤は、脂肪性アミン、アミン塩、第四アンモニウム化合物、アミン酸化物およびアミドからなる群より選択される窒素誘導体である。

【0050】これらの研磨抵抗抑制剤のうち、陽イオン系界面活性剤として第四アンモニウム塩、特にポリオキシエチレンコポリアルキル第四アンモニウム塩が、研磨抵抗を減少させる上で特に有効であり、スクラッチやその他の表面欠陥を減少させて研磨後の表面粗さの程度を小さくできる研磨抵抗抑制剤として好適である。

【0051】研磨用組成物中の研磨抵抗抑制剤の含有量は、用いる研磨抵抗抑制剤の種類によって異なるが、組成物の全重量に対して0.0001~3.0重量%の範囲内であり、好ましくは0.001~0.1重量%である。研磨抵抗抑制剤は、過剰な濃度で存在するとスラリーのコロイド安定性および粘度に影響を与えるおそれがあるため、研磨抵抗抑制剤の添加量は、研磨材の比表面積に対して最大0.05mg/m²であり、最大0.03mg/m²であることが好ましい。研磨抵抗抑制剤の量が多すぎると、研磨材による機械的な研磨にも支障をきたし、よって、研磨効果が非常に小さくなるとともに研磨に時間がかかり経済的でない。

【0052】＜研磨促進剤＞本発明に係る研磨用組成物の成分の1つである研磨促進剤としては、以下のものが挙げられる。

(1) アスコルビン酸、クエン酸、グリコール酸、グリシン、グリセリン酸、グルコン酸、グルタミン酸、グルオキシル酸、コハク酸、酒石酸、乳酸、マロン酸、マンデル酸およびリンゴ酸などの有機酸からなる群より選択

される少なくとも1種類。

(2) 硝酸アルミニウム、硫酸アルミニウム、硫酸アンモニウムアルミニウム、過塩素酸アルミニウム、塩化アルミニウム、クエン酸アルミニウム、クエン酸アンモニウムアルミニウム、シュウ酸アルミニウム、硝酸鉄、硫酸鉄、硫酸アンモニウム鉄、過塩素酸鉄、塩化鉄、クエン酸鉄、クエン酸アンモニウム鉄、シュウ酸アンモニウム鉄、硝酸ニッケル、硫酸ニッケル、過塩素酸ニッケル、塩化ニッケル、クエン酸ニッケル、シュウ酸ニッケル、硝酸コバルト、硫酸コバルトおよび塩化コバルトなどのアルミニウム、鉄、ニッケルあるいはコバルトを含んだ有機酸塩もしくは無機酸塩からなる群より選択される少なくとも1種類。

(3) エチレンジアミン四酢酸、ジエチレントリアミン五酢酸、プロピレンジアミン四酢酸、ヒドロキシエチルエチレンジアミン三酢酸、グリコールエーテルジアミン四酢酸、ニトリロ三酢酸、ヒドロキシエチルイミノ二酢酸、ジヒドロキシエチルグリシンおよびトリエチレンテトラアミン六酢酸などの鉄、ニッケルあるいはコバルトのキレート塩からなる群より選択される少なくとも1種類。

【0053】研磨用組成物中の研磨促進剤の含有量は、用いる研磨促進剤の種類によって異なるが、組成物の全重量に対して0.001~40重量%の範囲内であり、研磨促進剤が有機酸である場合は、その含有量が、組成物の全重量に対して0.01~40重量%が好ましく、より好ましくは0.05~10重量%である。また、研磨促進剤が無機酸である場合は、組成物の全重量に対して0.01~40重量%が好ましく、より好ましくは0.05~10重量%である。さらに、研磨促進剤が有機酸塩である場合は、組成物の全重量に対して0.01~40重量%が好ましく、より好ましくは0.05~10重量%である。また、研磨促進剤がキレート塩である場合は、組成物の全重量に対して0.01~40重量%が好ましく、より好ましくは0.05~10重量%である。

【0054】この研磨促進剤の含有量を増やすことにより、研磨速度が増加するとともに研磨時間が短縮され、従って経済性における効果が高まることが期待される。しかしながら、研磨促進剤の含有量が多すぎると、研磨速度の向上が小さくなる傾向があり、経済性におけるデメリットが生じる可能性が高いだけでなく、化学的作用が大きくなり過ぎて、ピットなどの表面欠陥が発生する要因となることがある。

【0055】<水>本発明に係る研磨用組成物の成分の1つである水は、上記の各成分が性格にその役割を果たせるように、不純物を極力減らしたものを使用することが好ましい。すなわち、イオン交換樹脂にて不純物イオンを除去し、フィルターを通して懸濁物を除去したものまたは蒸留水を使用することが好ましい。

【0056】<研磨用組成物>本発明に係る研磨用組成物は、上記各成分、すなわち二酸化ケイ素、酸化アルミニウム、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、酸化チタン、窒化ケイ素および二酸化マンガンからなる群より選択される研磨材を所望の含有量で水に混合し、分散させ、研磨促進剤および研磨抵抗抑制剤をさらに溶解させることにより調製する。この混合、溶解または分散の方法は任意であり、例えば翼式攪拌機による攪拌または超音波分散を用いてもよい。また、これらを混合する順序も任意に選択され、研磨材の分散、研磨促進剤および研磨抵抗抑制剤の溶解のいずれを先に行ってもよく、分散および溶解を同時に行ってもよい。

【0057】上記研磨用組成物を調製する際、製品の品質保持や安定化を図る目的で、被研磨物の種類、研磨加工条件およびその他の研磨加工上の必要に応じて、各種の公知の添加剤をさらに加えてもよい。

【0058】すなわち、添加剤の好適な例としては下記のもの挙げられる。

(a) セルロース、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロースおよびその他のセルロース類。

(i) エタノール、プロパノール、エチレングリコールおよびその他の水溶性アルコール類。

(u) アルギン酸ナトリウム、炭酸水素カリウムおよびその他の殺菌剤。

【0059】また、本発明に係る研磨用組成物は、比較的高濃度の原液として調製して貯蔵または輸送などをし、実際の研磨加工時に希釈して使用することもできる。上述の各成分の好適な濃度範囲は、実際の研磨加工時のものとして記載したものであり、使用時に希釈して使用する方法をとる場合は、貯蔵または輸送などの状態においてより高濃度の溶液となることは言うまでもない。また、取り扱い性の観点から、そのような濃縮された形態で製造されることが好ましい。

【0060】ところで、本発明に係る研磨用組成物が、両面研磨機によるサブストレーートの研磨の際に、キャリアノイズの減少に効果を発揮する理由についての詳細な機構は不明であるが、無電解Ni-Pメッキを成膜したサブストレーートを例に挙げると以下のように推察される。

【0061】サブストレーートの両面研磨の際に発生する、一般に「キャリアノイズ」や「チャタリング」と言われるノイズは、サブストレーートの被研磨面と研磨パッドの間の摩擦に起因すると考えられる。これは、研磨用組成物中の研磨材の体積比率が増加するにつれてノイズのレベルが下がるという実験結果が得られている。つまり、研磨材が全く存在せず研磨パッドと被研磨面の間の直接接領域が最大であると、ノイズのレベルは最高であり、研磨材を添加すると、研磨パッドと被研磨面との間の接領域が減少する。よって、ノイズのレベルが下がる。しかしながら、多くの研磨用組成物は、一般的に

研磨材濃度の低いものが用いられるので、研磨パッドと被研磨面の間に依然として顕著な接触領域が存在する。本発明においては、サブストレーートの被研磨面と研磨パッドとの間の接触領域で発生した摩擦を、研磨抵抗抑制剤である界面活性剤またはポリマー分子をサブストレーートの被研磨面および研磨パッド、またはいずれか一方に吸着させることによって減少させ、ノイズを減少させるものと考えられる。つまり、研磨抵抗抑制剤である界面活性剤またはポリマー分子を吸着した分子層は、サブストレーートの被研磨面および研磨パッドに親水性を持たせ、被研磨面および研磨パッドの間に潤滑効果をもたらすものと考えられる。

【0062】そして、チャタリングのノイズの少ない効果的な研磨用組成物を調製するには、研磨材とサブストレーートの被研磨面に対応する望ましくない潤滑の度合いについて考慮することも必要である。研磨材と被研磨面における潤滑は、サブストレーートの研磨を阻害し、研磨速度を低下させる。この影響を最小限にするには、潤滑性を有する吸着質の分子量が比較的小さく、かつ最低限の濃度で存在することが好ましいと考えられる。また、この研磨抵抗抑制剤を、その種類および用いられる濃度が研磨用組成物のコロイド安定性に悪影響を及ぼさないように選択することも必要である。

【0063】＜メモリーハードディスクの製造方法＞本発明に係るメモリーハードディスクの製造方法は、上記各成分、すなわち二酸化ケイ素、酸化アルミニウム、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、酸化チタン、窒化ケイ素および二酸化マンガンをからなる群より選択される研磨材、研磨抵抗抑制剤、研磨促進剤および水が含有された研磨用組成物を用いて、メモリーハードディスクに使用されるサブストレーートを研磨することを含んでいる。

【0064】研磨対象となるメモリーハードディスクのサブストレーートには、Ní-Pディスク、Ní-Feディスク、アルミニウムディスク、ボロンカーバイドディスク、カーボンディスクおよびその他のものがある。これらのうち、Ní-Pディスクまたはアルミニウムディスクを用いる。

【0065】また、本発明に係るメモリーハードディスクの製造方法は、上記研磨用組成物を用いるならば、従来のいずれの研磨方法および研磨条件を組み合わせることも可能である。例えば研磨パッドには、スウェードタイプ、不織布タイプ、植毛布タイプ、起毛タイプおよびその他のタイプのものを用いることができ、また、研磨

機には、片面研磨機、両面研磨機およびその他を用いることができる。なお、特に両面研磨機を使用する場合、本発明に係る研磨用組成物を用いると、チャタリングやキャリアノイズによるサブストレーート（特にチャンファ部）の損傷を防止できるので効果的である。

【0066】さらに、本発明に係るメモリーハードディスクの製造方法に用いる研磨用組成物は、研磨速度が大きいと同時に、平坦な研磨表面が得られる。従って、研磨工程を1段階で行うことができ、研磨条件の異なった2段階以上で行うこともできる。研磨工程を2段階以上で行う場合には、本発明に係る研磨用組成物を用いる研磨工程を最終の研磨工程とすること、すなわち予備研磨されたサブストレーートに対して上記研磨用組成物により仕上げ研磨を行う。また、本発明に係る研磨用組成物による研磨加工をより効率的に行うためには、予備研磨されたサブストレーートの表面粗さを、接触式表面粗さ計で測定した場合、最大で $R_a = 2.0 \mu m$ とする。

【0067】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態について、実施例を用いて具体的に説明する。なお、本発明はその要旨を越えない限り、以下に説明する実施の形態に限定されるものではない。

【0068】

【実施例】実施例1～15および比較例1～3

＜研磨用組成物の調製＞研磨材としてコロイダルシリカ（ $C-SiO_2$ ；比表面積： $80 m^2/g$ ）、研磨促進剤であるエチレンジアミン四酢酸-鉄（EDTA-Fe）および各種研磨抵抗抑制剤を、表1に記載した割合で水に分散させて混合し、実施例1～15および比較例1～3の各研磨用組成物を調製した。なお、実施例1～5は研磨抵抗抑制剤がポリオキシエチレンココアルキルメチル第四アンモニウム塩化物（CCAM）であり、実施例6～8は研磨抵抗抑制剤がポリオキシエチレンオクタデシルメチル第四アンモニウム塩化物（OCDM）、実施例9は研磨抵抗抑制剤がポリオキシエチレン脂肪アルキルアミン（TLAM）、実施例10～13は研磨抵抗抑制剤がポリアクリル酸アンモニウム（PAL）、実施例14は研磨抵抗抑制剤がポリエチレンオキシド（PEO）、実施例15は研磨抵抗抑制剤がポリビニルアルコール（PVA）である。また、比較例1～3は研磨抵抗抑制剤が混合されていないものである。

【0069】

【表1】

	研磨材	研磨促進剤	研磨低抗減少剤	
	C-SiO ₂ wt%	EDTA-Fe wt%	種 類	wt%
実施例1	28.93	5.13	CCAM	0.006
実施例2	33.65	4.80	CCAM	0.014
実施例3	33.65	4.80	CCAM	0.027
実施例4	33.47	7.17	CCAM	0.027
実施例5	33.47	7.17	CCAM	0.134
実施例6	28.17	4.99	OCDM	0.022
実施例7	33.47	7.17	OCDM	0.027
実施例8	33.47	7.17	OCDM	0.134
実施例9	33.47	7.17	TLAM	0.027
実施例10	33.47	7.17	PAL	0.027
実施例11	33.47	7.17	PAL	0.067
実施例12	33.47	7.17	PAL	0.134
実施例13	33.47	7.17	PAL	0.268
実施例14	33.47	7.17	PEO	0.026
実施例15	33.47	7.17	PVA	0.028
比較例1	28.93	5.13	—	—
比較例2	33.65	4.80	—	—
比較例3	33.47	7.17	—	—

※C-SiO₂: フジイ・シリカ(比表面積: 80m²/g)

※CCAM: 株式会社フジイ・シリカ(株)製

※OCDM: 株式会社フジイ・シリカ(株)製

※TLAM: 株式会社フジイ・シリカ(株)製

※PAL: 株式会社フジイ・シリカ(株)製

※PEO: 株式会社フジイ・シリカ(株)製(貯蔵: ~100,000)

※PVA: 株式会社フジイ・シリカ(株)製(貯蔵: ~22,000)

【0070】＜研磨試験＞次に、実施例1～15および比較例1～3の各研磨用組成物を用いて、これらとは別に、(株)フジイ・シリカ(株)により予備研
磨(1段階目研磨)されたサブストレートに対して、下の研磨用組成物であるDISK-LITE-2008 * 記条件で2段階目の研磨(仕上げ研磨)を行った。

〔研磨条件〕

研磨機	両面研磨機
被加工物	3.5インチ 無電解Ni-Pサブストレート (1段階目研磨済 表面粗さRa=1.6Åのもの)
加工枚数	20枚 (2枚/1キャリア)×5キャリア×2回試験
研磨パッド	Politex DG-Hi (Rodel社(米国)製)
加工圧力	60g/cm ²
定盤回転数	40rpm
組成物の希釈の割合	組成物1部: 脱イオン水2部(体積比)
研磨用組成物供給量	100cc/分
研磨時間	12分

【0071】研磨中、研磨の際のキャリアノイズを下記表2の5つのレベルに応じてノイズレベルを求めた。な
条件でノイズ計により測定した。そして、測定結果より 50 お、ノイズレベルは、2回の測定の平均値とした。

[測定条件]

測定機 Sper Scientific Sound
meter #840029
測定範囲 50~100dB
測定モード First response mode
周波数加重モード モードC
研磨機から測定機までの距離 50インチ(約127cm)

[0072]

本 表 [表2]

ノイズレベル (5つのレベル)	ノイズが74dB以上の時間 (秒/1分間の研磨)	最大ノイズ (dB)
0	0	74未満
1	10未満	74~77
2	20未満	77~79
3	30未満	79~81
4	40未満	81~83
5	50以上	83以上

*キャリアノイズが発生しない研磨の際のノイズ(最大74dB)に
基づく判定。

[0073] 研磨後、サブストレートを順次洗浄して乾燥し、研磨後のサブストレートの重量減を測定した。そして、被加工物20枚全てについて測定を行い、その平均値から研磨速度を求めた。得られた結果は表3に示す。また、接触式表面粗さ計であるTencor Pl 2 (Tencor Instruments社(米国)製)を用いて、サブストレートの径方向中央での表面粗さを測定し、サブストレート1枚あたり2箇所を4枚、計8箇所の測定を行い、8つの平均値から表面粗さを求めた。得られた結果は表3に示す。

[0074] さらに、微分干渉顕微鏡(倍率400倍)を用いてサブストレート表面を観察し、表面に形成され

たビットの数を測定した。この測定は、サブストレートの中央から周縁へ径方向に延びている一本の直線の範囲内で観察されるビットを数え、サブストレート1枚あたり2直線を4枚、計8直線の測定を行い、8つの平均値からビット数を求めた。得られた結果は表3に示す。また、暗室のスポットライト下で目視により観察されるスクラッチの数を、サブストレートの表裏面で数え、被加工物20枚全てで行って、その平均値からスクラッチ数を求めた。得られた結果を表3に示す。

[0075]

[表3]

	ノイズレベル (5つのレベル)	研磨速度 (μm/分)	スクラッチ (数/面)	ピット (数/2直線)	表面粗さ Ra(Å)
実施例1	3.0	0.10	0.75	13.8	2.80
実施例2	2.5	0.12	0.45	9.3	2.78
実施例3	1.8	0.10	0.25	11.3	3.11
実施例4	1.5	0.11	0.45	14.5	2.90
実施例5	1.0	0.11	1.50	17.3	3.20
実施例6	3.0	0.11	0.50	11.8	2.35
実施例7	3.0	0.12	0.90	13.0	2.75
実施例8	3.0	0.09	0.85	11.8	2.46
実施例9	3.0	0.11	0.45	11.5	2.38
実施例10	1.0	0.09	0.30	12.0	3.00
実施例11	0.5	0.08	0.35	11.0	3.10
実施例12	0.5	0.07	0.20	13.0	3.30
実施例13	0.5	0.06	0.25	9.3	3.50
実施例14	3.0	0.10	0.85	12.5	3.00
実施例15	2.0	0.12	0.45	18.0	2.10
比較例1	4.0	0.11	0.83	8.9	2.80
比較例2	2.3	0.12	0.85	11.3	3.00
比較例3	2.5	0.12	0.78	12.6	3.10

【0076】表3から明らかなように、研磨抵抗抑制剤を含む実施例1～15は、研磨抵抗抑制剤を含まない比較例1～3よりも研磨時のノイズレベルが低くなっている。これにより、実施例1～15の各研磨用組成物が研磨の際のチャタリング等によって生じるノイズの発生を抑えていることがわかる。なお、スクラッチ数、ピット数および表面粗さについては、実施例および比較例とも

30

に良好な値を示している。

【0077】

【発明の効果】以上のように本発明に係る研磨用組成物は、メモリーハードディスクに使用されるサブストレートの研磨用組成物であって、(a)含有量が組成物の全重量に対して0.1～50重量%の範囲内の二酸化ケイ素、酸化アルミニウム、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、酸化チタン、窒化ケイ素および二酸化マンガ

40

ンからなる群より選択される少なくとも1種類の研磨材と、(b)含有量が組成物の全重量に対して0.0001～3.0重量%の範囲内の界面活性剤、水溶性高分子および水溶性電解質からなる群より選択される少なくとも1種類の研磨抵抗抑制剤と、(c)含有量が組成物の全重量に対して0.001～40重量%の範囲内の無機酸、有機酸およびそれらのアルミニウム、鉄、ニッケルおよ

びコバルト塩からなる群より選択される少なくとも1種類の研磨促進剤と、(d)水とを含んでなるものである。

【0078】これにより、メモリーハードディスクに使用されるサブストレートの仕上げ研磨において、研磨速度が大きく、表面粗さが小さい研磨面を得ることができ、微小な突起、微細なピットおよびその他の表面欠陥の発生を防止することができる。また、サブストレートの研磨に用いると、研磨の際のノイズを減少させることができる。これにより、サブストレートとキャリアの衝突によるサブストレートのチャンファ部の損傷を減少させることができる。

【0079】また、本発明に係るメモリーハードディスクの製造方法は、前記(a)～(d)の研磨材、研磨抵抗抑制剤、研磨促進剤および水を含んでなる研磨用組成物を用いて、メモリーハードディスクのサブストレートを研磨する方法である。

【0080】これにより、研磨速度が大きく表面粗さが小さくて、微小な突起、微細なピットおよびその他の表面欠陥がほとんど無いメモリーハードディスクを得ることができ、生産性の高い製造方法を得ることができる。

フロントページの続き

(72)発明者 ダブリット、スコット レイダー
アメリカ合衆国、97042 オレゴン州、ト
ッアラタン、サウスウエスト レベント
ドライブ 11200、フジミアメリカ イ
ンコーポレーテッド内

(72)発明者 トシキ、オオウキ
アメリカ合衆国、97042 オレゴン州、ト
ッアラタン、サウスウエスト レベント
ドライブ 11200、フジミアメリカ イ
ンコーポレーテッド内